

ISOLASI DAN KARAKTERISASI SENYAWA TRITERPENOID DARI DAUN GAHARU (*Aquilaria malaccensis* Lam.)

Syaiful Yusuf^{1*}, Afghani Jayuska¹, Nora Idiawati¹

Progam Studi Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Tanjungpura,

Jl. Prof. Dr. H. Hadari Nawawi,

*email: syaifulyusuf03@gmail.com

ABSTRAK

Gaharu (*Aquilaria malaccensis* Lam.) merupakan tanaman dari famili *Thymeleaceae* yang merupakan komoditas ekspor sebagai bahan baku pembuatan parfum. Beberapa penelitian menyebutkan bahwa hasil skrining fitokimia dari daun gaharu mengandung beberapa senyawa metabolit sekunder diantaranya terpenoid. Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan karakter senyawa terpenoid dari hasil isolasi. Proses isolasi dilakukan pada fraksi etil asetat dengan melakukan ekstraksi, fraksinasi, Kromatografi Vakum Cair (KVC), Kromatografi Kolom Grafitasi (KKG), Kromatografi Lapis Tipis (KLT) dan karakterisasi dengan infrared (IR) dan Resonansi Magnetik Inti (RMI). Dari hasil tersebut didapat kristal putih pada fraksi 3.9. KLT fraksi 3.9 dengan eluan aseton:n-heksana (0,5:9,5) menghasilkan nilai R_f yang didapat yaitu 0,4. Spektrum infrared (IR) menunjukkan adanya vibrasi ulur gugus $-OH$ pada daerah $3473,80\text{ cm}^{-1}$. Daerah $2929,87\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi ulur $-CH$. Vibrasi tekuk $-CH$ ditunjukkan pada daerah $1452,40\text{ cm}^{-1}$ dan $1384,67\text{ cm}^{-1}$. Pita serapan $C=O$ terlihat pada daerah $1176,56\text{ cm}^{-1}$ dengan jenis vibrasi ulur. Data C RMI yang didapat menunjukkan adanya 30 puncak atom C. Berdasarkan data IR, ^{13}C RMI dan 1H RMI, senyawa yang didapat merupakan senyawa fridelanol.

Kata kunci: *Aquilaria malaccensis* Lam., etil asetat, karakterisasi, fridelanol

PENDAHULUAN

Gaharu merupakan salah satu hasil hutan non kayu yang memiliki nilai ekonomi tinggi sehingga banyak dikembangkan di Indonesia. Salah satu jenis tanaman ini adalah *Aquilaria malaccensis* Lam. (famili *Thymeleaceae*) yang merupakan tanaman dilindungi keberadaannya di hutan Indonesia. Selama ini bagian tanaman gaharu hanya diambil bagian batangnya, namun daun dari tanaman gaharu masih belum banyak digunakan dan terbuang begitu saja. Pemanfaatan daun gaharu dipercaya oleh masyarakat sebagai obat penurun tekanan darah.

Beberapa kandungan yang terdapat pada daun gaharu melalui skrining fitokimia antara lain alkaloid, terpenoid, saponin dan tannin (Khalil dkk, 2013). Beberapa penelitian mengungkapkan bahwa ekstrak daun gaharu memiliki aktivitas tertentu. Menurut Alimon (2011) ekstrak daun gaharu memiliki kemampuan dalam menghambat aktivitas beberapa bakteri, diantaranya *Shigella flexneri*, *Bacillus spizizenii*,

Staphylococcus aureus. Sedangkan pada penelitian Wil dkk (2014) ekstrak metanol dan air dari daun *A. malaccensis* memiliki kemampuan sebagai antioksidan.

Salah satu senyawa yang perlu menjadi perhatian adalah terpenoid. Penelitian ini perlu dilakukan karena belum mendalamnya penelitian terutama karakterisasi senyawa terpenoid dalam daun *A. malaccensis*. Beberapa penelitian menyebutkan terpenoid pada tanaman lain menunjukkan adanya aktivitas tertentu, diantaranya adalah sebagai antioksidan dan antibakteri (Ismarti, 2011 dan Sukadana dkk, 2008). Hal ini menjadikan perlu adanya penelitian lebih lanjut mengenai senyawa yang ada dalam daun *A. malaccensis* terutama senyawa terpenoid sebagai referensi yang mendukung dalam penelitian selanjutnya.

Berdasarkan hal tersebut maka perlu dilakukan isolasi dan karakterisasi senyawa yang terkandung dalam daun gaharu (*A. malaccensis*). Isolasi dan karakterisasi dilakukan dengan Kromatografi Vakum Cair (KVC), Kromatografi Kolom Gravitasi (KKG)

dan Kromatografi Lapis Tipis (KLT). Karakterisasi senyawa dilakukan dengan menggunakan spektrofotometri *Infrared* (IR) dan spektroskopi Resonansi Magnetik Inti (RMI).

METODOLOGI PENELITIAN

Preparasi Sampel

Sampel yang akan digunakan adalah daun tumbuhan gaharu (*A. malaccensis*) yang didapatkan di perkebunan gaharu di Desa Jawa Tengah, Kecamatan Sungai Ambawang, Kabupaten Kubu Raya, Kalimantan Barat. Sebanyak 2 Kg daun gaharu dibersihkan dan dihaluskan.

Ekstraksi

Metode yang digunakan dalam proses ekstraksi yaitu maserasi dan partisi. Sebanyak 730 g serbuk daun gaharu direndam dalam wadah maserasi. Sampel dimaserasi dengan metanol sebanyak 8 L pada temperatur kamar selama 24 jam dan diulangi kembali dengan menambahkan 5 L metanol 2x24 jam. Setelah didapat ekstrak kasar, kemudian dipartisi dengan pelarut n-heksana dan etil asetat. Setiap fraksi hasil partisi dan fraksi total dilarutkan pada pelarutnya masing-masing dan dimonitoring dengan plat KLT silika gel 60 F₂₅₄ menggunakan eluan kloroform:metanol (9:1).

Kromatografi Vakum Cair (KVC)

Metode Kromatografi Vakum Cair (KVC) yang digunakan mengacu pada penelitian Ningsih (2010). Sebanyak 4,22 g fraksi etil asetat dilakukan KKG dengan 15 g silika gel 60 (0.040-0.063mm). Sampel dalam kolom dielusi dengan pelarut n-heksana:etil asetat bergradien 10:0, 9:1, 7:3, 3:7, 1:9, 0:10, dan dilanjutkan dengan pencucian menggunakan metanol. Hasil KVC kemudian diuapkan menggunakan *rotary evaporator*. Hasil KVC dimonitoring dengan plat Kromatografi Lapis Tipis (KLT) silika gel 60 F₂₅₄ yang mengacu pada Hidayati (2012) dan diamati dengan menggunakan sinar UV dan ditentukan fraksi yang akan dilanjutkan dalam proses isolasi.

Kromatografi Kolom Gravitasi (KKG) pada Fraksi 2

Kromatografi Kolom Gravitasi (KKG) yang digunakan mengacu pada Fitrya dkk (2010). Sebanyak 36,7 mg sampel dari fraksi

2 diimpregnasi menggunakan silika gel G 60 (0.2-0.5 mm) sebanyak 73,4 mg dengan bantuan pelarut aseton. Preparasi kolom dilakukan dengan menimbang 3 g silika gel G 60 (0.063-0.200mm). Sampel dielusi menggunakan n-heksana dan ditampung pada botol kaca berukuran 100mL. Hasil KKG kemudian diuapkan menggunakan *rotary evaporator*.

Fraksi yang didapat ditotolkan pada fase diam plat KLT silika gel 60 F₂₅₄. Pada hasil KKG fraksi 2.2 dan fraksi 2.3 dan 2.4 KVC dielusi dengan fase gerak kloroform:n-heksana dengan perbandingan 1:9. Hasil KLT kemudian diamati noda yang terbentuk dengan menggunakan sinar UV.

Kromatografi Kolom Gravitasi (KKG) pada Fraksi 3

Sebanyak 431,0 mg sampel dari fraksi 3 diimpregnasi menggunakan silika gel 60 (0.063-0.2000 mm) sebanyak 862 mg dengan bantuan pelarut aseton. Preparasi kolom dilakukan dengan menimbang 7 g silika gel. Sampel kemudian dielusi menggunakan n-heksana dan ditampung pada botol kaca 10 mL. Hasil KKG kemudian diuapkan menggunakan *rotary evaporator*.

Fraksi yang didapat dari hasil KKG ditotolkan pada fase diam plat KLT silika gel 60 F₂₅₄. Pada hasil KKG fraksi 2.2 dan fraksi 2.3 dan 2.4 dielusi dengan fase gerak kloroform:n-heksana dengan perbandingan 1:9. Hasil KLT kemudian diamati noda yang terbentuk menggunakan sinar UV.

Uji Kemurnian Fraksi dengan Kromatografi Lapis Tipis (KLT)

Uji kemurnian dilakukan dengan melarutkan padatan kristal dalam metanol. Kromatografi Lapis Tipis (KLT) yang digunakan mengacu pada Hidayati (2012). Padatan yang telah larut kemudian ditotolkan dalam plat KLT menggunakan pipet kapiler. Selanjutnya plat yang telah ditotol dielusi menggunakan beberapa pelarut organik yaitu kloroform:metanol, aseton:n-heksana, n-heksana:etil asetat. Hasil dari KLT ini kemudian dianalisis menggunakan spektrofotometri IR dan spektroskopi RMI.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil KKG fraksi 3.9 menunjukkan adanya pembentukan kristal putih. Padatan

putih yang didapat kemudian dianalisis kemurniannya menggunakan Kromatografi Lapis Tipis (KLT). Karakterisasi senyawa dilakukan dengan menggunakan RMI dan IR guna mengetahui jenis senyawa pada fraksi kristal yang didapat. Struktur senyawa ditentukan dengan menggunakan perbandingan antara hasil penelitian yang didapatkan dengan hasil penelitian sebelumnya. Pembandingan yang digunakan mengacu pada Kamperdik dkk (1997)

Kemudian senyawa yang didapat diuji dengan menggunakan KLT. Uji ini bertujuan untuk mengetahui apakah senyawa yang telah diisolasi merupakan senyawa tunggal atau masih dalam keadaan kompleks. Kristal yang didapat dari fraksi 3.9 merupakan padatan kristal putih. Padatan ini larut dalam metanol yang mengindikasikan bahwa senyawa tersebut merupakan senyawa yang lebih polar jika dibandingkan dengan senyawa pada lain sebelumnya yang lebih mudah elusi dengan n-heksana. Proses elusi dilakukan dengan menggunakan aseton:n-heksana (0,5:9,5).

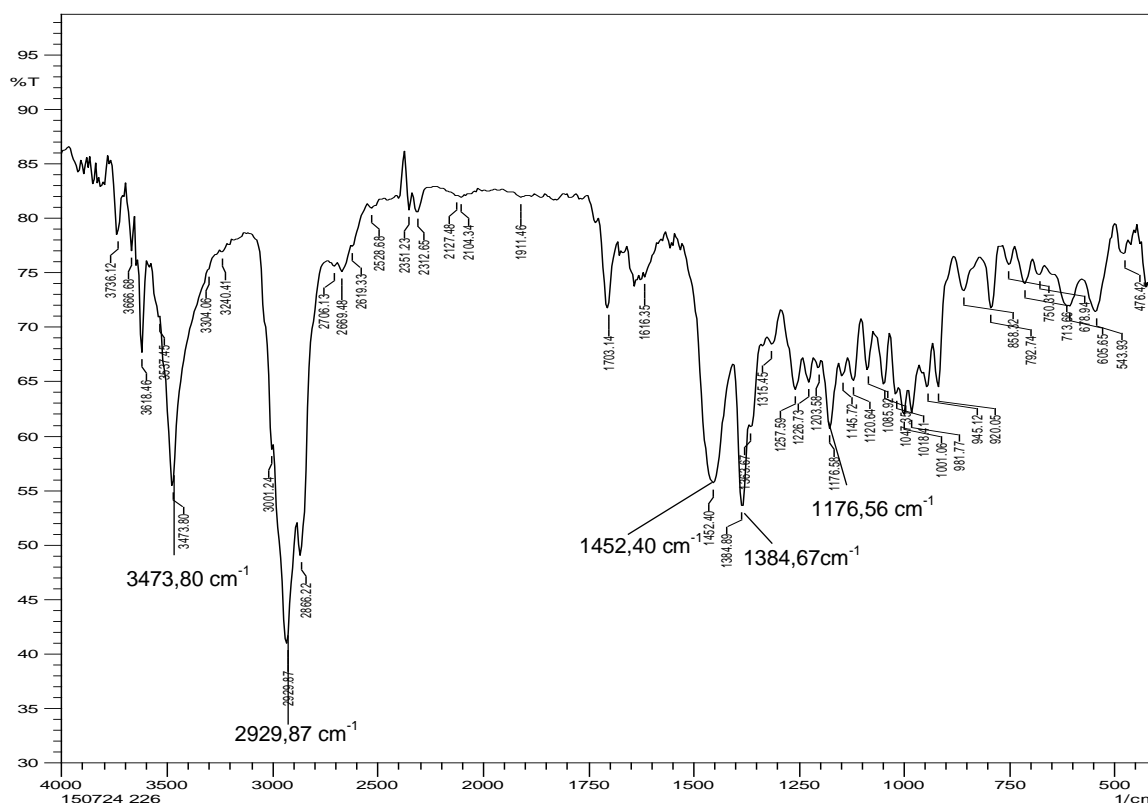
Gambar 1 menunjukkan bahwa terdapat satu senyawa yang teridentifikasi sebagai senyawa murni. Nilai R_f yang didapat yaitu 0,4 menunjukkan satu noda dengan satu

nilai R_f. Ini membuktikan bahwa senyawa yang diisolasi merupakan senyawa murni.



Gambar 1. KLT Fraksi 3.9 dengan eluan aseton:n-heksana (0,5:9,5)

Spektrum infra merah (IR) (Gambar 2) menunjukkan adanya vibrasi ulur gugus –OH pada daerah 3473,80 cm⁻¹. Daerah 2929,87 cm⁻¹ menunjukkan vibrasi ulur –CH. Vibrasi tekuk –CH ditunjukkan pada daerah 1452,40 cm⁻¹ dan 1384,67 cm⁻¹. Pita serapan C=O terlihat pada daerah 1703,14 cm⁻¹ dengan jenis vibrasi ulur. Analisis senyawa hasil isolasi didasarkan pada data RMI yang dihasilkan.



Gambar 2. Spektrum FTIR pada fraksi 3.9

Tabel 1. Analisis data ^{13}C RMI (CDCl_3 , 250 MHz)

Posisi C	$\delta^{13}\text{C}$		Posisi C	$\delta^{13}\text{C}$	
	Data Senyawa Hasil Isolasi	Data Senyawa Pembanding		Data Senyawa Hasil Isolasi	Data Senyawa Pembanding
1	16	15.7	16	36.3	36
2	35.4	35	17	30.2	30
3	73	72.6	18	43	42.8
4	49.4	49.1	19	35.7	35.5
5	38	37.8	20	28.4	28.1
6	41.9	41.7	21	33	32.8
7	17.7	17.5	22	39.5	39.2
8	53.4	53.1	23	11.8	11.6
9	37.3	37.1	24	16.6	16.3
10	61.5	61.3	25	18.4	18.2
11	35.5	35.3	26	20.3	20.1
12	30.8	30.6	27	18.8	18.2
13	38.6	38.3	28	32	31.7
14	39.9	39.6	29	35.2	35
15	32.5	32.3	30	32.3	32

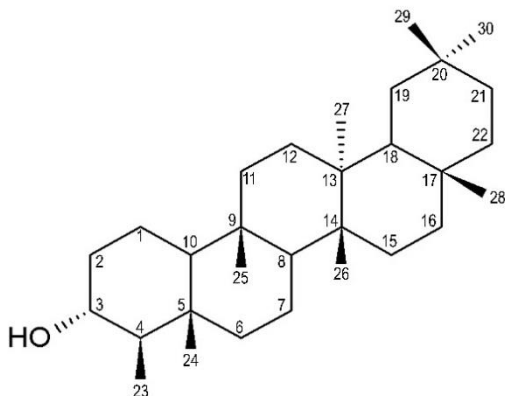
Struktur senyawa ditentukan dengan menggunakan perbandingan antara hasil penelitian yang didapatkan dengan hasil penelitian sebelumnya. Hasil pembanding yang digunakan mengacu pada Kamperdik dkk (1997). Penelitian pembanding yang memiliki nilai hasil analisis RMI yang mirip digunakan untuk mempermudah dalam memastikan jenis dan struktur senyawa yang didapat. Senyawa hasil isolasi Kamperdik dkk (1997) memiliki kemiripan nilai hasil analisis RMI. Penelitiannya mendapatkan senyawa fridelanol yang merupakan golongan dari senyawa triterpenoid.

Data hasil ^{13}C RMI (Tabel 1) menunjukkan adanya 30 puncak. Hal ini menggambarkan adanya 30 atom karbon yang terdapat pada senyawa yang didapat. Senyawa pembanding dari penelitian Kamperdik dkk (1997) dari tanaman *Madhuca pasquieri* menunjukkan bahwa senyawa yang didapat adalah fridelanol yang merupakan golongan triterpenoid.

Tabel 2. Analisis data ^1H RMI (CDCl_3 , 500 MHz)

Data Senyawa Hasil Isolasi	Data Senyawa Pembanding
3,73 (1H, br s)	3,74 (1 H, br s, H-3)
1,90 (1H, dt, J = 9,7 dan 3,25 Hz)	1,90 (1 H, dt, J = 10,1 dan 2,6 Hz)
1,73 (1H, dt, J = 13 dan 2,6 Hz)	1,74 (1 H, dt, J = 12,7 dan 3,1 Hz)
1,56 (1H, s)	
1,54 (3H, s)	
1,47 (3H, s)	
1,16 (3H, s)	1,17 (3 H, s, Me)
	1,006 (3 H, s, Me)
0,99 (3H, s)	0,996 (3 H, s, Me)
0,96 (3H, s)	0,97 (3 H, s, Me)
0,94 (3H, s)	0,95 (3 H, s, Me)
	0,94 (3 H, d, J = 7,3 Hz, Me, H-23)
0,92 (3H, s)	
0,85 (3H, s)	0,86 (3 H, s, Me)

Hasil analisis H RMI (CDCl_3 , 500 MHz) (Tabel 2) menunjukkan beberapa multiplisitas. Adanya broad singlet pada δ 3.73 menunjukkan keadaan atom H yang terdapat pada gugus $-\text{OH}$. Sedangkan CH_3 digambarkan pada beberapa multiplisitas diantaranya pada δH 1.54, 1.47, 1.16, 0.99, 0.96, 0.94, 0.92 dan 0.85. Hal tersebut menggambarkan terdapat delapan gugus $-\text{CH}_3$ yang terdapat pada senyawa yang didapat.



Gambar 3. Struktur senyawa 3 α -friedelanol (Kamperdik dkk, 1997)

SIMPULAN

Berdasarkan penelitian mengenai isolasi dan karakterisasi senyawa terpenoid dari daun gaharu didapatkan bahwa senyawa yang didapat merupakan padatan kristal putih. Hasil FTIR yang didapatkan menunjukkan adanya gugus $-\text{OH}$ alifatik pada daerah $3473,80\text{ cm}^{-1}$. Daerah $2929,87\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi ulur $-\text{CH}$. Pita serapan $\text{C}=\text{O}$ terlihat pada daerah $1176,56\text{ cm}^{-1}$ dengan jenis vibrasi ulur. Dari hasil ^{13}C RMI dan ^1H RMI terindikasi adanya 30 atom karbon yang menggambarkan senyawa yang didapat merupakan friedelanol dari golongan triterpenoid.

DAFTAR PUSTAKA

Alimon, H., Arriffin, Azziz, S.A., Ibrahim, R., Jaafar, F.M., Sukari, M. 2011. Biological Activities of Leaf and Bark from *Aquilaria cassia* Pierre

(Gaharu). *Empowering Science*, 658-664.

- Dash, M., Patra, J.K., Panda, P.P., 2008. Phytochemical and antimicrobial screening of extracts of *Aquilaria agallocha* Roxb. *African Journal of Biotechnology* 7 (20), 3531-3534.
- Fitrya, Anwar, L., Novitasari, E., 2010. Isolasi Senyawa Fenolat dari Fraksi Etil Asetat Kulit Batang Tumbuhan Gandaria. *Jurnal Penelitian Sains*. Universitas Sriwijaya. 13 (1), 10-14.
- Hidayati, N., 2012. Isolasi dan Penetapan Kadar Senyawa Antifungal p-Methoxybenzylidene p-Aminophenol dari akar *Acacia mangium*. *Jurnal Pemuliaan Tanaman Hutan*. 6 (2), 117 – 130.
- Ningsih, D.S. 2010. Isolasi dan Identifikasi Komponen Utama Ekstrak Biji Buah Merah (*Pandanus conoideus* Lamk.). Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sebelas Maret. Surakarta.
- Kamperdick, C., Adam, G., Van, N.H., Sung, T.V. 1997. Chemical Constituents of *Madhuca pasquieri*. *Zeitschrift für Naturforschung*. 52:295-300.
- Khalil, A. S., Rahim, A. A., Taha, K. K., Abdallah, K. B. 2013. Characterization of Methanolic Extracts of Agarwood Leaves. *Journal of Applied and Industrial Sciences*, 1 (3): 78-88.
- Sukadana, I.M., Santi, S.R., dan Juliarti, N.K., 2008. Aktivitas Antibakteri Senyawa Golongan Triterpenoid dari Biji Pepaya (*Carica papaya* L.). *Jurnal Kimia*. 2(1):15-18.
- Wil, N.N.A.N., Omar, N.A.M., Ibrahim, N.A., Tajuddin, S.N., 2014. In Vitro Antioxidant Activity and Phytochemical Screening of *A. Malaccensis* Leaf Extracts. *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*, 6(12), 688-693.